

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号
特表2006-509062
(P2006-509062A)

(43) 公表日 平成18年3月16日(2006.3.16)

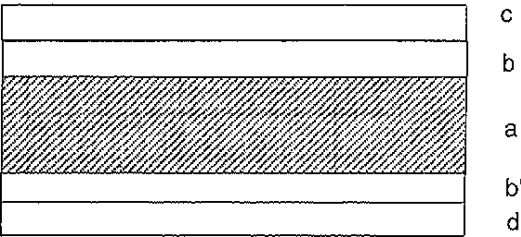
(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 9 J 7/02 (2006.01)	C O 9 J 7/02 Z	4 J O O 4
C O 9 D 5/00 (2006.01)	C O 9 D 5/00 D	4 J O 3 8
C O 9 J 133/06 (2006.01)	C O 9 J 133/06	4 J O 4 O
C O 9 J 201/00 (2006.01)	C O 9 J 201/00	5 G 3 O 7
C O 9 K 3/16 (2006.01)	C O 9 K 3/16 1 O 1 C	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 25 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2004-556123 (P2004-556123)	(71) 出願人 501237327
(86) (22) 出願日 平成15年11月11日 (2003.11.11)	テサ・アクチエンゲゼルシヤフト
(85) 翻訳文提出日 平成17年5月27日 (2005.5.27)	ドイツ20253ハンブルク・クイックボ
(86) 国際出願番号 PCT/EP2003/012545	ルンシュトラッセ24
(87) 国際公開番号 W02004/050782	(74) 代理人 100060782
(87) 国際公開日 平成16年6月17日 (2004.6.17)	弁理士 小田島 平吉
(31) 優先権主張番号 10256515.5	(72) 発明者 フゼマン, マルク
(32) 優先日 平成14年12月4日 (2002.12.4)	ドイツ22605ハンブルク・シュトレー
(33) 優先権主張国 ドイツ (DE)	ロウベーク48
	(72) 発明者 ツエルナー, シュテファン
	ドイツ22043ハンブルク・オスターカ
	ンプ11
	Fターム(参考) 4J004 AA05 AA07 AA08 AA10 AA11
	AB01 CA04 CA05 CA06 CC03
	CD04 CD05 CD06
	最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 帯電防止性感圧接着剤細片

(57) 【要約】

本発明は、担体材料と電導性プライマー及び自己接着剤材料層とから、担体材料、電導性プライマー及び2つの自己接着剤材料層とから、または担体材料、2つの電導性プライマー及び2つの自己接着剤材料層とから作られる片面または両面帯電防止性自己接着剤細片に関する。電導性層は、好ましくは金属、電氣的にドーピングされた物質、または電導性ポリマーから作られた電導性粒子を含んでなることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

感圧接着剤テープが担体層と感圧接着剤層の間に少なくとも 1 つの付加的な電導性層を含んでなる、担体層及び少なくとも 1 つの感圧接着剤層からなる多層構造の帯電防止性感圧接着剤テープ。

【請求項 2】

電導性層が、好ましくは金属、電氣的にドーピングされた材料または電導性ポリマーの、電導性粒子を含んでなる、請求項 1 の帯電防止性感圧接着剤テープ。

【請求項 3】

電導性層が、電導性材料を、好ましくは電氣的にドーピングされた材料、電導性ポリマーまたは電導性有機塩を、好ましくは 5－60 重量%、より好ましくは 10－50 重量%で含んでなる、請求項 1 の帯電防止性感圧接着剤テープ。 10

【請求項 4】

電導性層が電導性共役ポリマー、特に 3, 4-PEDT、を含んでなる、請求項 1－3 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープ。

【請求項 5】

電導性層が、好ましくはメタクリレートに基づく、ポリアクリレート感圧接着剤を含んでなる、請求項 1－4 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープ。

【請求項 6】

感圧接着剤層が収縮戻りを示す、請求項 1－5 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープ。 20

【請求項 7】

次の多層構造、即ち感圧接着剤層／担体層／感圧接着剤層が特徴の、請求項 1－6 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープ。

【請求項 8】

次の多層構造、即ち感圧接着剤層／電導性層／担体層／電導性層／感圧接着剤層が特徴の、請求項 1－6 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープ。

【請求項 9】

次の多層構造、即ち感圧接着剤層／電導性層／担体層／感圧接着剤層が特徴の、請求項 1－6 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープ。 30

【請求項 10】

型で打ち抜いた製品を製造するための、請求項 1－9 のいずれか 1 つの帯電防止性感圧接着剤テープの使用法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、担体層及び少なくとも 1 つの感圧接着剤層からなる多層構造の片面または両面帯電防止性感圧接着剤テープに関する。

【背景技術】

【0002】

工業化の時代における感圧接着剤テープは広範な加工補助材である。特にコンピューター工業における用途では、そのようなテープは非常に厳しい条件に供される。感圧接着剤は、低気体放出性のほか、広い温度範囲で使用できねばならず、剥離に次いで電荷を生じさせてはならない。この電荷は、特に非常に敏感な電気装置を大きく損傷させることがある。これらの必要条件は、例えばシリコンウエファの接着には必須である。それゆえに帯電防止性感圧接着剤テープに対する期待は大きい。帯電防止性感圧接着剤テープの 1 つの特別な例は、例えば特許文献 1 に記述されている。

【0003】

しかしながら、コンピューター工業ばかりでなく、帯電防止性感圧接着剤テープは再配置できる接合に対して非常に有効に使用することができる。この場合に一般的に起こる問 40 50

題は、通常の感圧接着剤テープを剥離した後に電荷が形成され、これが再配置の接合をより困難にすることである。その理由は、感圧接着剤テープが基材から静電的に反発を受けるからである。この問題は、薄い軽量の担体材料の、また低接着剤適用割合の感圧接着剤テープを使用する場合に悪化する。上述の問題は帯電防止性感圧接着剤テープを使用することによって解決できる。

【0004】

一般的にあって、帯電防止性感圧接着剤テープは帯電防止性担体材料を用いて作られる。この帯電防止性担体材料の例は、例えば特許文献2-5に記述されている。しかしながら、これらの担体材料は高価すぎる。一般の担体材料の持つことが要求される性質は、他の材料でより簡単に且つ高い費用効果で達成することができる。それゆえに、電導性材料から担体を製造することは有利でない。

【0005】

特許文献6は、グラファイトをその表面における電導性材料として有する、それゆえに帯電防止性を有する感圧接着剤テープを記述している。特許文献7は、金属または金属フォイルの電導性層を特許請求している。特許文献8は電導性のために、したがって帯電防止性向上のためにドーパされた共役ポリマーを特許請求している。しかしながら、感圧接着剤テープの表面に適用された電導性層、または感圧接着剤中に混入された電導性材料は、感圧接着剤の接着性に影響し、望ましくない効果をもたらす。

【0006】

特許文献9は、電導性でない2つの樹脂層間にサンドイッチ構造で存在する電導性樹脂を記述している。電導性を改良するために金属顔料、金属塩または金属アロイが使用される。この結果、コーティング工程は非常に複雑になる。

【特許文献1】米国特許第6255423号

【特許文献2】米国特許第5108463号

【特許文献3】米国特許第5137542号

【特許文献4】米国特許第5328716号

【特許文献5】米国特許第5560753号

【特許文献6】米国特許第3163968号

【特許文献7】米国特許第3377264号

【特許文献8】米国特許第5061294号

【特許文献9】米国特許第3942959号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、従来法の欠点を回避した帯電防止性感圧接着剤テープを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

この目的を達成するために、始めに特定した種類の感圧接着剤テープに対して、担体層と感圧接着剤層の間に少なくとも1つの付加的な電導性層を配置することが想定されている。

【0009】

本発明は、担体を電導性プライマーで処理する、言い換えれば電導性付加層を担体上に付与し、その上に感圧接着剤層を配置するという考えに基づく。この手段は、担体の片面、両面、更には一部だけに行うことができる。

【0010】

従って本発明は、図1と関連して後に更に詳細に示されるように電導性プライマーを含む担体材料及び感圧接着剤層からなる、図2によれば電導性プライマーを含む担体材料及び2つの感圧接着剤層からなる、図3によれば2つの電導性プライマーを含む担体材料及び2つの感圧接着剤層からなる、片面または両面帯電防止性感圧接着剤テープを提供する

。

【0011】

電導性層は、電導性層が好ましくは金属、電氣的にドーブされた材料または電導性ポリマーの電導性粒子を含んでいてよい。これらの電導性粒子は、例えばポリマー中に埋め込まれる。これらの粒子の画分は、好ましくは5-60重量%、より好ましくは10-50重量%である。

【0012】

電導性層は、同様に均一に分布した電導性材料、好ましくは電氣的にドーブされた材料、電導性ポリマーまたは電導性有機塩を、好ましくは5-60重量%、より好ましくは10-50重量%で含む。

10

【0013】

電導性プライマー層に電導性共役ポリマー、特に3,4-PEDTを使用することは特に好ましい。

【0014】

ある有利な態様においては、弾性を有する感圧接着剤が使用される。これらの感圧接着剤は、異方性配向のまたは配向の感圧接着剤としても以下に言及されることがある。異方性配向した感圧接着剤は、与えられた方向に延伸した後「エントロピー弾性挙動」として言われるものの結果として最初の状態に戻ろうとする傾向を示す。

【0015】

ある好適な態様において、電導性プライマーに適用される感圧接着剤は、収縮戻り（shrink back）を示す。この収縮戻りは、力のかかってないフィルムにおける収縮戻りを介しての試験Bに従って決定でき、少なくとも3%以上に相当すべきである。好適な発展では、少なくとも30%、非常に好ましくは少なくとも50%収縮戻りの感圧接着剤が使用される。

20

【0016】

本発明の帯電防止性感圧接着剤テープに使用される感圧接着剤（PSA）系は、アクリレート、天然ゴム、合成ゴム、シリコンまたはEVA接着剤であり、この範疇で特に有利なものはアクリレートPSAである。しかしながら、当然のことであるが、上記工程は、例えばドナタス・サタス（Donatas Satas）著、「感圧接着剤技術ハンドブック」（van Nostrand, New York, 1989年）に列挙されているような、同業者に公知のすべての他のPSAに対しても使用できる。

30

【0017】

天然ゴム接着剤の場合には、天然ゴムを、約100000ダルトン以下でない、好ましくは500000ダルトン以下でない分子量（重量平均）まで粉碎し、処方する。

【0018】

接着剤の出発材料としてのゴム／合成ゴムの場合、それが天然ゴムまたは合成ゴムの群に由来するか、または天然ゴム及び／または合成ゴムのブレンドに由来するかで更に態様の変化が可能である。天然ゴムは、本質的にすべての入手できるもの、例えばクレープ、RSS、ADS、TSRまたはCV種から、必要な程度の純度及び粘度に依存して選択することができる。また合成ゴムは、ランダム共重合したスチレンーブタジエンゴム（SBR）、ブタジエンゴム（BR）、合成ポリイソプレン（IR）、ブチルゴム（IIR）、ハロゲン化ブチルゴム（XIIR）、アクリレートゴム（ACM）、エチレンー酢酸ビニル（EVA）コポリマー及びポリウレタン及び／またはこれらのブレンドからなる群から選択できる。更に好ましくは、ゴムの加工性を改善するために、これらに熱弾性体を、全弾性体画分に基づいて10-50重量%の重量画分で添加することができる。この点で言及し得る代表的なものは、特に親和性のあるスチレンーイソプレンーすチレン（SIS）及びスチレンーブタジエンーすチレン（SBS）種を特に含む。

40

【0019】

本発明で特に好適なある態様では、（メト）アクリレートPSAを使用することが好適である。

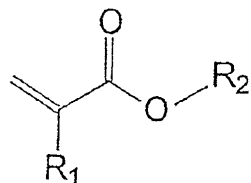
50

【0020】

遊離基付加重合で得られる（メト）アクリレートP S Aは、次の一般式

【0021】

【化1】



10

【0022】

〔式中、 $\text{R}_1 = \text{H}$ または CH_3 及び $\text{R}_2 = \text{H}$ または CH_3 或いは炭素数1－3の分岐鎖または直鎖の飽和アルキル基の群から選択される〕

の化合物群からの少なくとも1つのアクリルモノマー少なくとも50重量%からなる。

【0023】

モノマーは、好ましくは得られるポリマーが室温またはそれ以上の温度でP S Aとして使用できるように、より好ましくは得られるポリマーがドナタス・サタス著、「感圧接着剤技術ハンドブック」(van Nostrand, New York, 1989年)による感圧接着剤の性質を有するように選択される。

【0024】

20

更なる本発明の態様では、モノマーの組成は、P S Aが熱で活性化できるP S Aとして使用できるように選択される。

【0025】

本発明の更なる態様では、電導性P S Aを使用することもできる。

【0026】

使用されるポリアクリレートの分子量 M_w は、好ましくは $\geq 200000 \text{ g/mol}$ である。

【0027】

非常に好適には、炭素数4－14、好ましくは4－9のアルキル基を有するアクリル及びメタクリルエステルからなるアクリルまたはメタクリルモノマーが使用される。次の列挙に束縛されたくはないが、特別な例は、例えばアクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、メタクリル酸n-ブチル、アクリル酸n-ペンチル、アクリル酸n-ヘキシル、アクリル酸n-ヘプチル、アクリル酸n-オクチル、メタクリル酸n-オクチル、アクリル酸n-ノニル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸ベヘニル、及びこれらの分岐した異性体、例えばアクリル酸イソブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸イソオクチル、及びメタクリル酸イソオクチルである。

30

【0028】

使用できる化合物の更なる種類は、炭素数が少なくとも6からなる架橋シクロアルキルアルコールの単官能性アクリレート及び／またはメタクリレートである。シクロアルキルアルコールは、例えばC1－6のアルキル基、ハロゲン原子またはシアノ基で置換されていてもよい。特別な例は、メタクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸イソボルニル、メタクリル酸イソボルニル及びアクリル酸3、5-ジメチルアダマンチルである。

40

【0029】

ある方法では、極性基、例えばカルボキシル基、スルホン及びホスホン酸、ヒドロキシル基、ラクタム及びラクトン、N-置換アミド、N-置換アミン、カーバメート、エポキシ、チオール、アルコキシ及びシアノ基、エーテルなどを有するモノマーが利用される。

【0030】

適度に塩基性のモノマーは、例えばN，N-ジアルキル置換アミド、例えばN，N-ジメチルアクリルアミド、N，N-ジメチルメチルメタクリルアミド、N-tert-ブチ

50

ルアクリルアミド、N-ビニルピロリドン、N-ビニルラクタム、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、アクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル、アクリル酸ジエチルアミノエチルであるが、これらですべてではない。

【0031】

更に好適な例は、アクリル酸ヒドロキシエチル、アクリル酸ヒドロキシプロピル、メタクリル酸ヒドロキシエチル、メタクリル酸ヒドロキシプロピル、アリルアルコール、無水マレイン酸、無水イタコン酸、イタコン酸、メタクリル酸グリセリジル、アクリル酸フェノキシエチル、メタクリル酸フェノキシエチル、メタクリル酸2-ブトキシエチル、アクリル酸2-ブトキシエチル、メタクリル酸シアノエチル、アクリル酸シアノエチル、メタクリル酸グリセリル、メタクリル酸6-ヒドロキシヘキシル、ビニル酢酸、アクリル酸テトラヒドロフルフリル、 β -アクリロイロキシプロピオン酸、トリクロロアクリル酸、フマル酸、クロトン酸、及びジメチルアクリル酸であるが、これがすべてではない。

10

【0032】

ある更に非常に好適な場合、用いるモノマーはビニルエステル、ビニルエーテル、ビニルハライド、ビニリデンハライド、及び芳香族環及びヘテロサイクルを α -位に有するビニル化合物を含む。ここに再度、すべてではないが、次の例を言及することができる。酢酸ビニル、ビニルホルムアミド、ビニルピリジン、エチルビニルエーテル、塩化ビニル、塩化ビニリデン及びアクリロニトリル。

【0033】

更に、他の方法では、共重合しうる二重結合を有する光開始剤が使用できる。適当な光開始剤はノーリッシュ (Norrish) I 及び II 型の光開始剤を含む。その例は、例えばアクリル酸ベンゾイン及びUCBからのアクリル化ベンゾフェノン [エベクリル (Ebecryl) P36^R] である。本質的に、同業者に公知である及びUV照射下に遊離基機構でポリマーを架橋しうるいずれかの光開始剤を共重合させることができる。使用できる、また二重結合で機能化できる可能な光開始剤の要は、フォーアシル (Fouassier) 著、「光開始、光重合及び光硬化：基礎と応用」、ハンザー出版 (Hanser Verlag, Munich)、1995年に示されている。これの補助的には、キャロイ (Carroy) ら著、「コーティング、インキ、及び塗料用のUV及びEB処方の化学と技術」、オールドリング (Oldring) 編、1994年、SITA (London) が参照できる。

20

30

【0034】

更に好適な方法においては、記述されるコモノマーを、高い静的ガラス転移温度を有するモノマーと混合する。適当な成分は、例えば芳香族ビニル化合物、例えばスチレンを含む。この場合、好ましくは芳香族核は、 $C_4 - C_{18}$ 単位からなり、そしてヘテロ原子を含んでいてもよい。特に好適な例は4-ビニルピリジン、N-ビニルフタルイミド、メチルスチレン、3,4-ジメトキシスチレン、4-ビニル安息香酸、アクリル酸ベンジル、メタクリル酸ベンジル、アクリル酸フェニル、メタクリル酸フェニル、アクリル酸 α -ブチルフェニル、メタクリル酸 α -ブチルフェニル、アクリル酸及びメタクリル酸4-ビフェニル、アクリル酸及びメタクリル酸2-ナフチル、及びこれらのモノマーの混合物であるが、これに限定されるものではない。

40

【0035】

更なる発展において、樹脂をPSAに混合することも可能である。添加のための増粘樹脂としては、すべての現存する増粘剤樹脂及び文献に記述されているものを使用することが例外なく可能である。言及しうる代表的なものは、ピネン樹脂、インデン樹脂、及びロジン、その不均化、水素化、重合、エステル化誘導体及び塩、脂肪族及び芳香族炭化水素樹脂、テルペン樹脂及びテルペン-フェノール樹脂、及びC5、C9及び他の炭化水素樹脂を含む。これらの及び更なる樹脂のいずれか所望の組み合わせは、必要条件に従う、得られた接着剤の性質を調節するために使用できる。一般的に言って、問題のポリアクリレートと親和性の(可溶の)いずれかの樹脂が使用でき、すべての脂肪族、芳香族及びアルキル芳香族炭化水素樹脂、単一のモノマーに基づく炭化水素樹脂、水素化炭化水素樹脂、機

50

能性炭化水素樹脂、及び天然樹脂が参考になる。特にドナタス・サタス著、「感圧接着剤技術ハンドブック」(van Nostrand, New York, 1989年)における技術の記述が参照できる。

【0036】

更に随時、可塑剤、更なる充填剤(例えば繊維、カーボンブラック、酸化亜鉛、チョーク、固体または中空ガラスビーズ、他の材料のマイクロビーズ、シリカ、ケイ酸塩)、核剤、電導性材料、例えば共役ポリマー、ドーパされた共役ポリマー、金属顔料、金属粒子、金属塩、グラファイトなど、膨張剤、混練り剤及び／または例えば1次及び2次酸化防止剤の形のまたは光安定剤の形の老化防止剤を添加することが可能である。

【0037】

更に架橋剤及び架橋促進剤を混合することは可能である。電子線架橋及びUV架橋に適当な架橋剤の例は、2官能性または多官能性アクリレート、2官能性または多官能性イソシアネート(ブロック形のものを含む)、または2官能性または多官能性エポキシドを含む。

【0038】

随意の、UV光での架橋に対して、UV吸収光開始剤をポリアクリレートPSAに添加することは可能である。使用が非常に有効である有用な光開始剤は、ベンゾインエーテル、例えばベンゾインメチルエーテル及びベンゾインイソプロピルエーテル、置換アセトフェノン、例えば2,2-ジエトキシアセトフェノン[チバガイギー(Ciba Geigy)からイルガキュア(Irgacure) 651^Rとして入手できる]、2,2-ジメトキシ-2-フェニル-1-フェニルエタノン、ジメトキシヒドロキシアセトフェノン、置換α-ケトール、例えば2-メトキシ-2-ヒドロキシプロピオフェノン、芳香族スルホニルクロライド、例えば2-ナフチルスルホニルクロライド、及び光活性オキシム、例えば1-フェニル-1,2-プロパンジオン2-(O-エトキシカルボニル)オキシムが例である。

【0039】

使用できる上述した光開始剤など及びノーリッシュI及びII型の他のものは、次の基を含んでいてよい:ベンゾフェノン-、アセトフェノン-、ベンゾ-、ベンゾイン-、ヒドロキシアルキルフェノン-、フェニルシクロヘキシルケトン-、アンスラキノ-、トリメチルベンゾイルホスフィンオキシド-、メチルチオフェニルモルフォリンケトン-、アミノケトン-、アゾベンゾイン-、チオキサント-、ヘキサアリアルビスイミダゾール-、トリアジン-、またはフルオレノン。但しこれらの基のそれぞれは、更に1つまたはそれ以上のハロゲン原子及び／または1つまたはそれ以上のアルキロキシ基及び／または1つまたはそれ以上のアミノ基もしくはヒドロキシル基で置換されていてもよい。この代表的なものは、フーアシル著、「光開始、光重合及び光硬化:基礎と応用」、ハンザー出版(Hanser-Verlag, Munich)、1995年に示されている。更なる詳細には、キャロイラ著、「コーティング、インキ、及び塗料用のUV及びEB処方の化学と技術」、オールドリング編、1994年、SITA(London)が参照できる。

電導性プライマー

電導性プライマーは、担体材料に片面または両面で適用される。適当な担体材料は、特に好ましくはポリマー材料、例えばPE、PP、ポリイミド、ポリアミド、BOPP、PET、PVC、PUまたはナイロンを含む。しかしながら不織布または織り布を処理することもできる。

【0040】

プライマーの基材物質として本質的に適当な材料の例は、少なくとも1つのゴム成分を有するフェノール樹脂を含む。このゴム成分としては、天然ゴム、ブチルゴム及び多くの合成ゴムが使用できる。これを例示すれば、アクリロニトリル-ブタジエン、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレンコポリマー、スチレン-ブタジエン-スチレン、スチレン-エチレン、ブチレン-スチレンコポリマー、ポリクロロプレン、ポリブタジエン、ポリ

10

20

30

40

50

イソプレン、スチレンーイソプレンーすチレンコポリマー、及びこれらの混合物が言及できる。

【0041】

有用なフェノール樹脂は、例えばユニオン・カーバイド社（Union Carbide）からUCAR BKR-2620及びUCAR CK-1635の名で市販されているフェエノールーホルムアルデヒド樹脂を含む。好適なプライマーは、例えばゴム成分100部に対してフェノール樹脂40ー約120部を含む。

【0042】

更に好適な態様において、ポリ（メト）アクリレートはプライマー材料として使用できる。プライマーは、更なる添加物、例えば樹脂、酸化防止剤及び染料を含んでなってもよい。

【0043】

プライマーの更なる成分は、電導性材料である。電導性材料としては、これに制限されるものではないが、金属、例えばニッケル、金、銀、鉄、鉛、錫、亜鉛、ステンレス鋼、黄銅及び銅またはニッケルの、金属粒子、金属粉及び／または金属顔料、金属ビーズ、金属繊維を使用することができる。更に例えばシェリット・ゴードン社（Sherritt Gordon, Ltd）から提供されるごとき異なる組成を有する鉛／錫合金は有用である。更に電導性ポリマー、例えばポリチオフェン、置換ポリチオフェン、ポリエチレンジオキシチオフェン、ポリアニリン、置換ポリアニリン、ポリパラフェニレン、置換ポリパラフェニレン、ポリピロール、置換ポリピロール、ポリアセチレン、置換ポリアセチレン、ポリフェニルスルフィド、置換ポリフェニルスルフィド、ポリフラン、置換ポリフラン、ポリアルキルフルオレン、置換ポリアルキルフルオレン、及び上述したポリマーの混合物が使用される。電導性を改良するために、ドーパント（dopant）と呼ばれるものを添加することができる。ここに種々の金属塩またはルイス酸または親電子剤が使用できる。その例は、限定するものではないが、p-トルエンスルホン酸またはカンファースルホン酸である。更に工程な本発明の態様では、電導性充填剤の直径はプライマーの層の厚さより小さい。

【0044】

更なる態様で添加できる電導性材料は、炭素化合物、例えばC-60である。これらの化合物を使用しても、制御されたドーピングにより、電導性の改良を達成することができる。更なる電導性ポリマーは、例えばポリビニルベンジルトリメチルアンモニウムクロライド及び米国特許第5061294号に列挙されている化合物を含む。しかしながら、更に米国特許第4973338号に記述されているように吸湿性塩を電導性物質として使用することもできる。

【0045】

ある非常に好適な態様においては、エチレンジオキシチオフェンをアクリレート分散液中において鉄（III）塩と重合させる。次いでこの1次分散液を担体材料に適用し、乾燥する。

【0046】

電導性材料はプライマーに基づいて3-60重量%、より好ましくは10-50重量%添加される。この添加は特に固体形、例えば粉末形で行われる。

【0047】

しかしながら、この画分はプライマーがその効果を失うような量を越えてはならない。過剰量の電導性物質の結果として、電導性プライマーはその付着促進効果を失うことがある。

【0048】

電導性プライマーの層の厚さは、0.5-25 μm 、好ましくは1-10 μm である。

【0049】

電導性プライマーは、溶液から、分散液から、または溶融物からコーティングできる。内部接着を向上させるために、プライマーを架橋することは有利なことがある。この架橋

は熱的に、UV照射で、または電子線で行うことができる。

アクリレートPSAの製造法

重合に対しては、得られるポリマーが室温またはそれ以上の温度でPSAとして使用できるように、また特に得られるポリマーがドナタス・サタス著、「感圧接着剤技術のハンドブック」(ファン・ノストランド、New York、1989年)による感圧接着剤性を有するようにモノマーが選択される。

【0050】

好適であるポリマーのガラス転移温度 T_g 、即ち $T_g \leq 25^\circ\text{C}$ を達成するために、上述したようにモノマーを選択し、そしてフォックス(Fox)方程式E1[参照T. G. フォックス、ブル・アム・フィズ・ソク(Bull. Am. Phys. Soc.)、1 10、123(1956)]にしたがって得られるポリマーが所望の T_g 値を有するようにモノマー混合物の定量的組成物を有利に選択することは非常に好適である。

【0051】

【数1】

$$\frac{1}{T_g} = \sum_n \frac{w_n}{T_{g,n}} \quad (\text{E1})$$

【0052】

この式において、 n は使用するモノマーの連番を表わし、 w_n は各モノマー n のホモポリマーの重量画分(重量%)を表わし、そして $T_{g,n}$ はモノマー n の各ホモポリマーのガラス転移温度(K)を表わす。 20

【0053】

ポリ(メト)アクリレートPSAの製造に対しては、通常遊離基重合を行うのが有利である。遊離基機構で進行する重合に対しては、更なる重合のための遊離基開始剤、特に熱で分解するラジカル生成アゾまたはペルオキシ開始剤を更に含んでなる開始剤系を使用することが好適である。しかしながら、本質的にアクリレートに対して同業者が熟知するすべての通常の開始剤が適当である。C中心のラジカルの生成は、フーベン・ワイル(Houben-Weyl)、「有機化学法」、第E19a巻、60-147ページに記述されている。これらの生成方法は同様に好適に使用される。遊離基源の例は、過酸化物、ヒドロペルオキシド、及びアゾ化合物である。ここに言及しうる、限定を意味しない遊離基開始剤のいくつかの例は、過二硫酸カリウム、過酸化ベンゾイル、クメンヒドロペルオキシド、シクロヘキサノンペルオキシド、ジ-*t*-ブチルペルオキシド、アゾジイソブチロニトリル、シクロヘキシルスルホニルアセチルペルオキシド、過炭酸ジイソプロピル、過オクタン酸-*t*-ブチル及びベンズピナコールを含む。ある非常に好適な態様において、使用される遊離基開始剤は1、1'-アゾビス(シクロヘキサニルカルボニトリル)[デュポン製バソ(Vaso) 88TM)]またはアゾジイソブチロニトリル(AIBN)である。 30

【0054】

遊離基重合で製造されるPSAの平均分子量 M_w は、それらが200000-4000000g/モルの範囲内にあるように非常に好適に選択される。特に弾性を有する電導性ホットメルトPSAとしての更なる用途に対しては、400000-1400000g/モルの平均分子量 M_w を有するPSAが製造される。この平均分子量は、サイズ排除クロマトグラフィー(GPC)またはマトリックス支援レーザー脱着/イオン化質量分析計(MALDI-MS)で決定される。 40

【0055】

重合は、溶媒なしに、1つまたはそれ以上の有機溶媒の存在下に、水の存在下にまたは有機溶媒及び水の混合物中において行うことができる。目的は使用する溶媒を最小にすることである。適当な有機溶媒は純粋なアルカン(例えばヘキサン、ヘプタン、オクタン、イソオクタン)、芳香族炭化水素(例えばベンゼン、トルエン、キシレン)、エステル 50

(例えば酢酸エチル、プロピル、ブチルまたはヘキシル)、ハロゲン化炭化水素(例えばクロロベンゼン)、アルカノール(例えばメタノール、エタノール、エチレングリコール、エチレングリコールモノメチルエーテル)及びエーテル(例えばジエチルエーテル、ジブチルエーテル)またはこれらの混合物である。水と混和するまたは親水性の共溶媒は、モノマーの転化中反応混合物が均一相の形で存在するのを保証するために水性重合反応に添加しうる。本発明に対して有利に使用できる共溶媒は、脂肪族アルコール、グリコール、エーテル、グリコールエーテル、ピロリジン、N-アルキルピロリジノン、N-アルキルピロリドン、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、アミド、カルボン酸及びその塩、エステル、有機スルフィド、スルホキシド、スルホン、アルコール誘導体、ヒドロキシエーテル誘導体、アミノアルコール、ケトンなど、並びにこれらの誘導体及び混合物からなる群から選択される。 10

【0056】

重合時間は転化率及び温度に依存して2-72時間に相当する。選ぶ反応温度が高くなればなるほど、即ち反応混合物の熱安定性が高ければ高いほど、選ぶ反応時間は短くなる。

【0057】

重合を開始するために、熱で分解する開始剤の場合には熱をかけることが必須である。熱分解する開始剤の場合、重合は開始剤種に依存して50-160℃まで加熱することによって開始できる。

【0058】

製造に対して、溶媒なしに(メト)アクリレートPSAを重合させるのも有利である。この場合に使用するのに特に適当な技術は、プレ重合技術である。この重合はUV光で開始されるが、約10-30%にすぎない低転化率で行われる。続いてこのポリマーシロップを、例えばフィルム(最も簡単な場合、角氷)に融着し、次いで水中で高転化率まで重合を続ける。次いでこれらのペレットはホットメルト接着剤として使用することができる。この時、溶融操作に際してポリアクリレートと親和性のあるフィルム材料を使用することは特に好適である。この製造法に対しても、重合の前後に熱伝導性物質を添加することができる。

20

【0059】

アクリレートPSAの製造に対しては、制御された遊離基重合法及びリビング重合法を使用することもできる。

30

配向、コーティング法、担体材料の処理

製造に対して、ある好適な態様の場合、PSAは溶液からコーティングされる。PSAを熱架橋するには、溶媒を除去し、例えば熱トンネル中で熱をかけて、架橋反応を開始させる。

【0060】

配向したPSAを製造するためには、上述したポリマーを、好ましくはホットメルト系として(即ち溶融物から)コーティングする。それゆえに、製造工程でPSAから溶媒を除去することが必要である。これには本質的に同業者に既知のいずれかの技術を使用することが可能である。1つの非常に好適な技術は、単軸または双軸スクリュウ押し機を用いる濃縮法である。双軸スクリュウ押し機は同一方向回転または反対方向回転で操作できる。溶媒または水は好ましくは2つまたはそれ以上の真空段階で留去される。更に、溶媒の蒸留温度に依存して逆加熱(counter heat)が行われる。残存溶媒画分は好ましくは<1%、より好ましくは<0.5%、非常に好ましくは<0.2%である。ホットメルトは溶融物から更に処理される。

40

【0061】

ある好適な具体例において、PSA内の配向は、異なるコーティング法で形成される。1つの態様では、電導性PSAをロールコーティング法でコーティングし、そして配向を延伸によって生じさせる。ドナタス・サタス著、「感圧接着剤技術のハンドブック」(ファン・ノストランド、New York、1989年)には、種々のコーティング技術が 50

記述されている。他の態様では、溶融口金を介するコーティングによって配向を達成する。ここに接触法と非接触法とでは、はっきり区別することができる。P S Aの配向は、口金の形によってコーティング口金内で生じさせることができ、または一方で口金から出てきた後に延伸操作で付与することができる。配向は自由に調節できる。例えば口金の空隙の幅によって延伸比が制御できる。延伸は、コーティングすべき担体材料上のP S Aフィルムの層の厚さが空隙の幅以下であるならば何時でも起こる。

【0062】

他の好適な方法では、押出しコーティングによって配向が達成される。押出しコーティングは好ましくは押出し口金を用いて行われる。使用する口金是有利には次の3つの範疇の1つに由来してよい：T口金、魚尾（fish tail）口金、またはコートハンガー口金。個々の種類はその流路の形が異なる。この押出し口金の形態を通してホットメルトP S A内で配向を生じさせることができる。更にここに、溶融口金コーティングと同様に、P S Aテープフィルムを延伸することによって、出てきた後に配向を達成することもできる。

10

【0063】

配向（メト）アクリレートP S Aを製造するためには、コートハンガー口金を用いて、特に担体に対して相対的に移動する口金によりポリマー層を担体上に生成させるように、担体上へコーティングを行うことが特に好適である。コーティングと架橋の間に経過する時間は有利には短い。ある好適な方法において、架橋は60分以内後に、より好適な方法では3分以内後に、非常に好適な方法では直列の工程で5秒以内後に行われる。

20

【0064】

最良の配向の効果は、冷表面への配置で得られる。結果としてコーティング中の担体材料は、ロールによって直接冷却されることになる。このロールは、液体膜／接触膜によって外側または内側から、或いは冷媒気体により冷却することができる。冷媒気体は同様にコーティング口金から出てくるP S Aを冷却するためにも使用できる。ある好適な方法においては、ロールを接触媒体で濡らし、次いでこれをロールと担体材料の間に位置させる。そのような技法に対する好適な具体例を以下に記述する。この方法では、溶融口金及び押出し口金の両方を使用することができる。1つの非常に好適な方法では、ロールを室温まで冷却し、特に好適な方法では10℃以下まで冷却する。ロールは回転もさせるべきである。この製造法の一部としての更なる工程では、配向したP S Aの架橋のために更にロールが使用される。

30

【0065】

UV架橋は使用するUV光開始剤に依存して、200－400nmの波長範囲の短波紫外線照射による、特に出力80－240W/cmで高圧または中圧水銀ランプを用いる、照射で行われる。この照射強度はUV光開始剤の量子収率、もたらす架橋度、及び場合によっては配向の程度に適合せしめられる。

【0066】

更にある好適な態様では、P S Aを電子線で架橋することができる。使用できる典型的な照射装置は、電子線加速器が関与する線形電子システム、スキャナーシステム及びセグメント化カソードシステムを含む。この技術の広範な記述及び最も重要な工程因子は、スケルホーム（Skellhome）、電子線加工（コーティング、インク、及び塗料に対するUV及びEB処方物の化学と技術、第1巻、1991年、SITA、ロンドン）に見られる。典型的な加速器電圧は、50－500kV、好ましくは80－300kVの範囲である。使用される散乱ドーズ（dose）は、5－150kGy、特に20－100kGyの範囲である。両架橋法または他の高エネルギー照射可能な方法を用いることも可能である。

40

【0067】

更に好適な製造法においては、配向したP S Aを接触媒体を備えたロール上でコーティングする。接触媒体の結果として、順次P S Aの非常に迅速な冷却を行うことができる。有利には、次いで担体材料上に後で積層を行う。更に、接触媒体としては、P S Aとロー

50

ル表面間の接触をもたらす能力を有する材料、特に担体材料とロール表面間の空隙（例えばロール表面の不均一、気泡などによる）を満たす材料を使用することもできる。この技術を実行するためには、回転する冷却ロールを接触媒体でコーティングする。ある好適な方法では、選んだ接触媒体は、例えば液体、例えば水である。接触媒体としての水に対する適当な添加物の例は、アルキルアルコール、例えばエタノール、プロパノール、ブタノール及びヘキサノールを含むが、これらの例の結果としてアルコールの分野に限定されるものではない。特に長鎖アルコール、ポリグリコール、ケトン、アミン、カルボキシレート、スルホネートなども非常に有利である。これらの化合物の多くは表面張力を下げ、または電導性を上げる。

【0068】

10

表面張力の低下は、少量の非イオン性及び／またはアニオン性及び／またはカチオン性表面活性剤を接触媒体に添加することによっても達成しうる。これを達成する最も簡単な方法は、市販の洗浄組成物または石鹼溶液を、好ましくは接触媒体としての水中に数 g / l の濃度でを使用することである。特に適当な化合物は低濃度でさえ使用できる特別な表面活性剤である。この例は、スルホニウム表面活性剤、例えばβ-ジ（ヒドロキシアルキル）スルホニウム塩）、及び更に例えばエトキシ化ノニルフェニルスルホン酸アンモニウム塩またはブロックコポリマー、特にジブロックを含む。ここに特に、ウルマンの工業化学百科辞典、第6版、2000電子出版、ウィリー（Wiley）-VCH、バインハイム（Weinheim）、2000年の「表面活性剤」を技術的に参照できる。

【0069】

20

接触媒体としては、水を添加しなくても、前述の液体を、それぞれの場合に単独でまたは互いに組み合わせて使用することもできる。接触媒体の性質を改善するために（例えば耐剪断性を高め、表面活性剤などの裏材表面への移行を減じ、そして最終生成物を洗浄する可能性を改善するために）、有利には使用する接触媒体に及び／または補助剤に塩、ゲル、及び同様の粘度向上添加物を添加することができる。

【0070】

更にロールは巨視的に平滑であってよく、または低レベルの構造組織を有する表面であってもよい。ロールは、表面構造、特に表面粗さを有することは適当であることが分かった。これは接触媒体による濡れを改善する。コーティング工程は、ロールが好ましくは-30-200℃、非常に好ましくは5-25℃の範囲内で温度調節できるならば、特に良好に進行する。接触媒体は好ましくはロールに適用される。接触媒体を受け取る第2のロールは、コーティングロールの連続的な濡れのために使用し得る。しかしながら、例えば噴霧により、接触なしの適用も可能である。

30

【0071】

ロールを例えば電子線と同時に共用する製造法の態様では、付随的な電子線及びこれによって形成されるX線を吸収する接地された金属ロールを使用することが普通である。

【0072】

腐食を防止するために、ロールは普通保護コートでコーティングされている。このコートは、好ましくは接触媒体によって効果的に濡れるように選択される。一般にその表面は電導性である。しかしながら、それを、1つまたはそれ以上の絶縁または半導体材料のコートでコーティングすることも有利である。

40

【0073】

液体を接触媒体として使用する場合、可能なある際だった方法は、有利には濡れるまたは吸収性の表面を有する第2のロールを、接触媒体を含む浴を通して操作することである。この時該ロールは、接触媒体で濡れ、またはそれを含浸し、ロールとの接触によって該接触媒体のフィルム膜をそれに適用する。

【0074】

ある好適な方法において、PSAは接触媒体ロールと直接接触し、架橋する。この目的のために、順次UV架橋及びEB架橋で記述した方法及び装置を使用することができ。次いで架橋後に、PSAはプライム処理された担体材料に移る。この場合すでに述べたプ

50

ライム処理された担体材料が使用できる。

【0075】

P S A内の配向の特性は、コーティング法に依存する。配向は例えば口金温度及びコーティング温度によって、更にポリマーの分子量によって制御できる。

【0076】

配向の程度は口金の空隙の幅によって自由に調整できる。コーティング口金から押出されるP S Aフィルムが厚ければ厚いほど、接着剤の程度によって、担体材料上で比較的薄いP S Aフィルムまで延伸できる。この延伸操作は、自由に調節できる口金の幅ばかりでなく、減少する担体材料のウェット速度によって自由に調整できる。

【0077】

P S Aの配向は、ポーラリメーターで、赤外線二色性で、またはX線散乱を用いて測定できる。多くの場合、架橋されてない状態のアクリレートP S Aの配向は数日間だけ保持される。保存または貯蔵中、その系は緩和され、その好ましい配向は失われる。コーティング後の架橋の結果として、この効果は有意に強化できる。配向したポリマー鎖の緩和はゼロに集中し、配向したP S Aはその好適な方向の消失なしに非常に長期間保持できる。

【0078】

ある好適な方法において、配向の尺度は、有利のフィルムにおける収縮戻りを測定することによって決定される（参照。試験B）。

【0079】

記述した方法以外に、配向はコーティング後にも生じさせられる。この場合には、ついで延伸できるプライム処理した担体材料が好ましくは使用され、P S Aは延伸中に延ばされる。この時、通常溶液または水からコーティングしたP S Aを使用することも可能である。ある好適な方法においては、この延伸したP S Aは順次化学線照射で架橋される。

生成物の構築

図1は本発明の構造物に含まれる可能な多くの生成物構造を示す。

a) 片面生成物の構築

本発明の帯電防止性P S Aテープは、担体フィルム（a）、電導性プライム層（b）、及びP S A層（c）からなる。P S A層の厚さは、 $5\mu\text{m}-1\text{mm}$ 、好ましくは $25-200\mu\text{m}$ である。P S Aテープロールとしての用途に対し、ある好適な態様では、P S Aを剥離紙／フィルムで裏打ちすることができる。他の好適な態様においては、図1の下方に位置する担体材料面に剥離コートを付与する。ある好適な態様においては、シリコーンに基づくまたは弗素化されたポリマー剥離材料が使用される。

b) 両面生成物の構築

本発明の帯電防止性P S Aテープは、担体フィルム層（a）、電導性プライム層（b）、及び2つのP S A層（c）及び（d）からなる（図2）。このP S A（c）及び（d）の層の厚さは、 $5\mu\text{m}-1\text{mm}$ 、好ましくは $25-200\mu\text{m}$ である。ある非常に好適な態様において（c）及び（d）は同一である。P S Aテープロールとしての用途に対し、ある好適な態様では、P S Aを剥離紙／フィルムで裏打ちすることができる。他の好適な態様においては、図1の下方に位置する担体材料面には剥離コートが付与される。

c) 両面生成物の構築

本発明の帯電防止性P S Aテープは、担体フィルム層（a）、2つの電導性プライム層（b）及び（b'）、及び2つのP S A層（c）及び（d）からなる（図3）。ある非常に好適な態様においては（b）及び（b'）が同一である。このP S A（c）及び（d）の層の厚さは、 $5\mu\text{m}-1\text{mm}$ 、好ましくは $25-200\mu\text{m}$ である。ある非常に好適な態様においては（c）及び（d）が同一である。P S Aテープロールとしての用途に対し、ある好適な態様では、P S Aを剥離紙／フィルムで裏打ちすることができる。

実験

本発明は、実験による以下の実施例で例示される。

【0080】

次の試験法を使用した。

ゲルパーミエーションクロマトグラフィーGPC (試験A)

平均分子量 M_w 及び多分散度PDは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーで決定した。使用した流出剤は、0.1容量%のトリフルオロ酢酸を含むTHFであった。測定は25℃で行った。用いたプレカラムはPSS-SVD、5 μ 、10³ Å、ID 8.0 mm x 50 mmであった。分離はそれぞれID 8.0 mm x 300 mmのカラムPSS-SVD、5 μ 、10³ 及び更に10⁵ 及び10⁶ を用いて行なった。試料の濃度は4 g/l、流速は1.0 ml/分であった。測定はPMA基準で行なった。

収縮戻りの測定 (試験B)

少なくとも30 mmの幅及び20 cmの長さを有する細片を、ホットメルトのコーティング方向に平行に切断した。100 g/m² の適用速度において4つの細片を互いに積層し、そして50 g/m² において8つの細片を互いに積層して対比しうる層厚さを与えた。ついでこの方法で得られる試料を、正確に幅20 mmの幅に切断し、各端を15 cmの間隔で紙細片で重ね接着した。このように調整した試験試料を、RTで垂直につり下げ、更なる試料の収縮が見られなくなるまで長さの変化を経時的に監視した。ついで最終値で減少した最初の長さを、最初の長さに対して収縮戻りとしてパーセントで報告した。より長い時間後の配向を測定するために、コーティングした及び配向したPSAは、長期間見本の形で貯蔵し、ついで分析した。

帯電防止性 (試験C)

幅13 mmのPSAテープの細片をPSAテープロールから50 m/分で巻きほどこいた。このPSAテープ細片を、下に真っ直ぐ下がった且つ長さ30 cm、幅3 cm及び厚さ60 μ mの荷電してないPETフィルムの下方向に向く端1 cm以内までに位置させた。下方に下がったフィルム細片がPSAテープに引きつけられず、それにくっつかないならば試験は合格である。

試料の製造

ポリマー1

遊離基重合に通常の200 Lの反応器に、アクリルアミド2400 g、2-エチルヘキシルアクリレート64 kg、N-イソプロピルアクリルアミド6.4 kg及びアセトン/イソプロパノール(95:5) 53.3 kgを仕込んだ。攪拌しながら反応器中に窒素ガスを45分間通過させた後、反応器を58℃まで加熱し、2, 2'-アゾジイソブチロニトリル(AIBN) 40 gを添加した。ついで外部加熱浴を75℃まで加熱し、反応をこの外部温度で一定に行なった。反応時間1時間後に、AIBN 40 gを更に添加した。5時間及び10時間後に、それぞれアセトン/イソプロパノール(95:5) 15 kgで希釈した。6時間及び8時間後に、それぞれアセトン800 gの溶液中ジシクロヘキシルパーオキシジカーボネート[ペルカドクス(Perkadox) 16^R、アクゾ・ノーベル(Akzo Nobel)] 100 g部分を添加した。反応時間24時間後、反応を停止させ、浴を室温まで冷却した。試験Aによる分子量の測定結果は、 $M_w = 745000$ g/mol、多分散度 $M_w / M_n = 5.3$ であった。

ポリマー2

遊離基重合に通常の200 Lの反応器に、アクリルアミド1200 g、2-エチルヘキシルアクリレート74 kg、N-イソプロピルアクリルアミド4.8 kg及びアセトン/イソプロパノール(95:5) 53.3 kgを仕込んだ。攪拌しながら反応器中に窒素ガスを45分間通過させた後、反応器を58℃まで加熱し、2, 2'-アゾイソブチロニトリル(AIBN) 40 gを添加した。ついで外部加熱浴を75℃まで加熱し、反応をこの外部温度で一定に行なった。反応時間1時間後に、AIBN 40 gを更に添加した。5時間及び10時間後に、それぞれアセトン/イソプロパノール(95:5) 15 kgで希釈した。6時間及び8時間後に、それぞれアセトン800 gの溶液中ジシクロヘキシルパーオキシジカーボネート(ペルカドクス(Perkadox) 16^R、アクゾ・ノーベル(Akzo Nobel)) 100 g部分を添加した。反応時間24時間後、反応を停止させ、浴を室温まで冷却した。試験Aによる分子量の測定結果は、 $M_w = 812000$ g/mol、多分散度 $M_w / M_n = 5.8$ であった。

10

20

30

40

50

i) 収縮戻りを決定するための試料の調製

溶液中のPSAを、バースドルフ (Bersdorf) 濃縮押出し機により、温度約 115℃において約 40 kg/時の押出し量で濃縮した。濃縮後、残存溶媒画分は 0.5 重量%以下であった。次いでこの組成物を、シリコーン (ポリジメチルシロキサン) 1.5 g/m² で予めコーティングした 12 μm の PET フィルム上にコーティングした。この組成物のコーティングは、口金空隙 300 μm 及びコーティング幅 33 cm のコートハンガー押出し口金を通して、決まったコーティング温度 (組成物温度) 及び 10 m/分のウェッブ速度で行なった。50 g/m² (PSA 層の厚さ約 50 μm) の適用速度に対して、延伸比 6.1 を設定した。

【0081】

シリコーン処理した PET フィルムを、5℃まで冷却した共回転するスチールローラー上を通過させた。それゆに PSA フィルムと PET フィルム間の接触点において、PSA フィルムはすぐに冷却された。直列工程において、約 5 m のウェッブ部分後、PSA テープを電子線で架橋した。電子線照射に対して、エレクトロン・クロスリンクング (Electron Crosslinking) AB (スウェーデン国、Halmstad) からの装置を用いて架橋を行なった。コーティングされた PSA を、標準的特徴として備えられている冷ロールの上の加速器のレナード (Lenard) 窓の下を誘導した。照射域内は、純粋の窒素を吹き付けて大気酸素を排除した。ウェッブ速度はそれぞれの場合 10 m/分であった。200 kV の加速電圧で照射を行なった。

【0082】

収縮戻りを決定するために、それゆえに配向の程度を決定するために、試験 B を行なった。

プライム処理された 12 μm の担体フィルム (PET フィルム) の製造

ポリアクリル参ブチル (プレックス (PLEX) 4124D、ローム (Rohm) 社、固体含量 = 59%) 100 g を、3, 4-エチレンジオキシチオフェン (バイエル社) 20 g 及び p-トルエンスルホン酸鉄 (III) 1.5 g と混合した。この混合物を、コーティングバーにより、厚さ 12 μm の PET フィルム上にコーティングし、室温で 1 時間及び 60℃で 1 時間乾燥した。乾燥後、プライマーの層の厚さは約 1.5 μm であった。両面 PSA テープに対しては、PET フィルムを、同一のプライマー及び同一の層厚さで両面コーティングした。

PSA テープの製造

i i) 配向した PSA テープの製造

i) と同様の方法にしたがった。用いた担体材料は予めプライム処理した厚さ 12 μm の PET フィルムであった。操作条件のすべて (ウェッブ速度、コーティング温度、延伸比、ポリアクリレート PSA、架橋ドーズ) を一定に保った。PSA テープを製造するために、この PET をコーティングし、コーティングを架橋し、次いで PSA 面を剥離紙

[120 μm のポリオレフィン (PE) でコーティングした紙、両面シリコーン処理、ポリジメチルシロキサン 1.4 g/m²、ロパレックス (Loparex)、または 100 μm グラシン紙、片面シリコーン処理] で裏打ちした。第 2 の工程において、すでに架橋された i) からの PSA を PET フィルムの他の面に積層した。PSA をローラーで圧着し、次いでシリコーン処理した PET フィルムを剥離した。最後に両面 PSA フィルムを巻き取った。この第 2 の工程は、片面だけの接着剤試料の製造時には省略した。両面 PSA テープに対しては、両面がプライム処理された PET フィルムを使用した。片面テープに対しては、片面だけをプライム処理した PET フィルムを使用し、PSA をプライム処理した面に積層した。

i i i) 配向してない PSA テープの調製

溶液中 PSA をシリコーン処理した剥離紙 (120 μm のポリオレフィン (PE) でコーティングした紙、両面シリコーン処理、ポリジメチルシロキサン 1.4 g/m²、ロパレックス、または 100 μm グラシン紙、片面シリコーン処理; 適用法はコーティングバー) 上にコーティングした。乾燥トンネル中で、多数の温度域を介して溶媒を除去した

10

20

30

40

50

。加熱は、最初が50℃、次いで80℃、そして最後の3つの加熱域が100℃であった。ウェブ速度は10m/分であった。溶媒の加熱除去に次いで、12μmのPETフィルムを積層した。第2工程において、溶解したPSAを順次この積層物のPET上にコーティングした。溶媒を熱的に除去した。最後に両面PSAテープを巻き取った。この第2の工程は、片面だけの接着剤試料の製造時には省略した。両面PSAテープに対しては、両面がプライム処理されたPETフィルムを使用した。片面テープに対しては、片面だけをプライム処理したPETフィルムを使用し、PSAをプライム処理した面に積層した。

PSAテープ(1)

ポリマー1をi)に従って濃縮し、そしてii)に従って12μmのPETフィルム上に2x100g/m²でコーティングした。コーティング温度は150℃であった。架橋は30kGyのEBドーズで行なった。 10

PSAテープ(2)

ポリマー1を、ジェノマー(Genomer)4212^R [ラーン(Rahn)からのポリウレタンジアクリレート] 2重量%の溶液中で、DT100(DRTからのテルペンフェノール樹脂) 30重量%と混合した。次いでこれを、i)に従って濃縮し、そしてii)に従って12μmの両面をプライマー処理したPETフィルム上に2x100g/m²でコーティングした。コーティング温度は150℃であった。架橋は70kGyのEBドーズで行なった。

PSAテープ(3)

ポリマー2を、ジェノマー4212^R (ラーンからのポリウレタンジアクリレート) 2重量%の溶液中で、ノバレス(Novares)TK90^R [VFTルートゲレス(Ruetters)からのC5-C9炭化水素樹脂] 30重量%及びレオフォス(Reofos)65^R [グレート・レイク・ケミカルズ(Great Lake Chemicals)からのオリゴホスフェート]と混合した。次いでこれを、i)に従って濃縮し、そしてii)に従って12μmの両面をプライマー処理したPETフィルム上に2x50g/m²でコーティングした。コーティング温度は120℃であった。架橋は60kGyのEBドーズで行なった。 20

ポリマー(4)

ポリマー1を、(iii)による溶液から、12μmの両面をプライマー処理したPETフィルム上に2x100g/m²でコーティングした。コーティング温度は100℃であった。架橋は30kGyのEBドーズで行なった。 30

ポリマー(5)

ポリマー1を、(iii)による溶液から、12μmの片面をプライマー処理したPETフィルム上に100g/m²でコーティングした。コーティング温度は高々100℃であった。架橋は30kGyのEBドーズで行なった。

ポリマー(6)

ポリマー1を、(iii)による溶液から、12μmのPETフィルム上に100g/m²でコーティングした。コーティング温度は100℃であった。架橋は30kGyのEBドーズで行なった。

結果

第1の工程において、約800000g/モルの平均分子量M_wを有する2つのポリマーを準備した。これらのPSAを用いて、PSAテープ1-5を製造した。片面及び両面PSAテープを検討した。担体材料は厚さ12μmのPETフィルムであり、3、4-ポリエチレンジオキシチオフエンでプライマー処理した。参照材料として電導性プライマーを持たないPSAテープ6を調製した。帯電防止効果を検討するために、これらのPSAテープを徹底的に分析した。

【0083】

第1の解析において、個々のPSAの配向度を決定した。それゆえに下表から自由なフィルムにおける収縮戻りを試験法Bにしたがって決定した。測定値を表1に要約する。

【0084】

表 1 自由なフィルムで得られた収縮戻り（試験 B）の概要

実施例	自由なフィルムで得られた収縮戻り（試験 B）
1	66%
2	62%
3	56%
4	0%
5	0%
6	0%

10

溶融物からコーティングした P S A はすべて収縮戻りを示す。逆に溶液からコーティングした P S A は収縮戻りを示さず、かくして配向も持たなかった。

【0085】

帯電防止性を評価するために、試験 C を行なった。結果を表 2 に要約する。

【0086】

表 2 帯電防止性検討（試験 C）の概要

実施例	帯電防止性（試験 C）
1	合格
2	合格
3	合格
4	合格
5	合格
6	不合格

20

測定結果から、電導性プライマーを備えた P S A テープはすべて帯電防止試験に合格したようである。参照試料 6 だけはこの試験に不合格である。更に本発明による構造の結果として、片面及び両面の両方の P S A テープが帯電防止性を備えることができる。更に良好な帯電防止性は P S A の組成に影響されない。2 つの異なるポリマーを試験し、異なる樹脂混合物を検討した。更に実施例 1 - 3 は、打ち抜き帯電防止製品として際だった有効

30

性で使用するすることができる。

【図面の簡単な説明】

【0087】

【図 1】担体材料（a）上に電導性プライマー（b）及び感圧接着剤層（c）を有する片面 P S A テープ。

【図 2】担体材料（a）上に電導性プライマー（b）及び 2 つの感圧接着剤（c）及び（d）を有する P S A テープ。

【図 3】担体材料（a）上に 2 つの電導性プライマー（b）及び（b'）及び 2 つの感圧接着剤（c）及び（d）を有する P S A テープ。

【図 1】

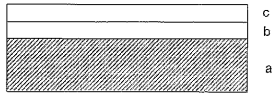


Fig. 1

【図 2】

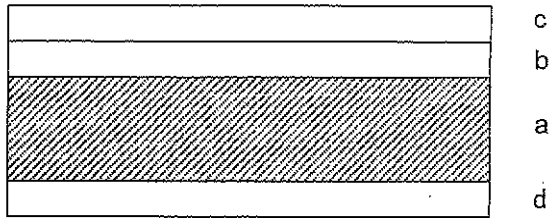


Fig. 2

【図 3】

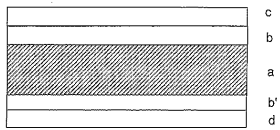


Fig. 3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/EP 03/12545

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C09J9/00 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C09J Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 23, 10 February 2001 (2001-02-10) & JP 2001 152105 A (SUMITOMO BAKELITE CO LTD), 5 June 2001 (2001-06-05) abstract	1-10
X	DE 196 12 367 A (GOLDSCHMIDT AG TH) 2 October 1997 (1997-10-02) page 2, line 49 - page 3, line 42 abstract; claims 1-5	1-10
X	US 5 491 013 A (HOLLEY LEONARD) 13 February 1996 (1996-02-13) column 2, line 63 - column 3, line 21 abstract; claims 1-17; figures 1-3 -/--	1-10
☒ Further documents are listed in the continuation of box C. ☒ Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 17 February 2004		Date of mailing of the international search report 25/02/2004
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Glomm, B

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/EP 03/12545

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 63 158244 A (TEIJIN LTD) 1 July 1988 (1988-07-01) the whole document -----	1-10
X	JP 63 158241 A (TEIJIN LTD) 1 July 1988 (1988-07-01) the whole document -----	1-10
X	DE 33 27 612 A (OKUI TOKUJIRO; TOMII UZO) 12 July 1984 (1984-07-12) page 6, line 11 - page 8, line 5 abstract; claims 1-9; figures 1-6 -----	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/12545

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2001152105 A	05-06-2001	NONE	
DE 19612367 A	02-10-1997	DE 19612367 A1	02-10-1997
US 5491013 A	13-02-1996	NONE	
JP 63158244 A	01-07-1988	NONE	
JP 63158241 A	01-07-1988	NONE	
DE 3327612 A	12-07-1984	JP 59158596 A	08-09-1984
		JP 1364047 C	09-02-1987
		JP 59124220 A	18-07-1984
		JP 61027258 B	24-06-1986
		DE 3327612 A1	12-07-1984
		US 5025923 A	25-06-1991
		US 4702788 A	27-10-1987

INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Internationaler Aktenzeichen

PCT/EP 03/12545

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C09J9/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C09J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Bd. 2000, Nr. 23, 10. Februar 2001 (2001-02-10) & JP 2001.152105 A (SUMITOMO BAKELITE CO LTD), 5. Juni 2001 (2001-06-05) Zusammenfassung	1-10
X	DE 196 12 367 A (GOLDSCHMIDT AG TH) 2. Oktober 1997 (1997-10-02) Seite 2, Zeile 49 - Seite 3, Zeile 42 Zusammenfassung; Ansprüche 1-5	1-10
X	US 5 491 013 A (HOLLEY LEONARD) 13. Februar 1996 (1996-02-13) Spalte 2, Zeile 63 - Spalte 3, Zeile 21 Zusammenfassung; Ansprüche 1-17; Abbildungen 1-3	1-10
	----- -/-	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benützung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

17. Februar 2004

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

25/02/2004

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5618 Patentplan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2340, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Glomm, B

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

 Internationaler Aktenzeichen
 PCT/EP 03/12545

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	JP 63 158244 A (TEIJIN LTD) 1. Juli 1988 (1988-07-01) das ganze Dokument -----	1-10
X	JP 63 158241 A (TEIJIN LTD) 1. Juli 1988 (1988-07-01) das ganze Dokument -----	1-10
X	DE 33 27 612 A (OKUI TOKUJIRO; TOMII UZO) 12. Juli 1984 (1984-07-12) Seite 6, Zeile 11 - Seite 8, Zeile 5 Zusammenfassung; Ansprüche 1-9; Abbildungen 1-6 -----	1-10

INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationaler Aktenzeichen

PCT/EP 03/12545

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 2001152105 A	05-06-2001	KEINE	
DE 19612367 A	02-10-1997	DE 19612367 A1	02-10-1997
US 5491013 A	13-02-1996	KEINE	
JP 63158244 A	01-07-1988	KEINE	
JP 63158241 A	01-07-1988	KEINE	
DE 3327612 A	12-07-1984	JP 59158596 A	08-09-1984
		JP 1364047 C	09-02-1987
		JP 59124220 A	18-07-1984
		JP 61027258 B	24-06-1986
		DE 3327612 A1	12-07-1984
		US 5025923 A	25-06-1991
		US 4702788 A	27-10-1987

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
H 0 1 B	5/14	(2006.01)	C O 9 K 3/16	1 0 8 B
			H O 1 B 5/14	Z

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

Fターム(参考) 4J038 CA002 CB132 CG141 CQ012 DA041 DC002 DJ012 DK002 DN002 HA066
KA12 KA20 NA20 PC08
4J040 CA011 CA051 CA081 CA101 DA051 DA141 DB051 DE031 DF031 DM011
EF001 EK031 JA09 JB09
5G307 GA02 GB01 GC01